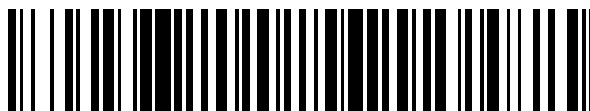


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 525 206**

51 Int. Cl.:

**C04B 111/00** (2006.01)

**C04B 35/478** (2006.01)

**C04B 35/638** (2006.01)

**C04B 38/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2010 E 10820572 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.11.2014 EP 2484654**

54 Título: **Método para producir cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico**

30 Prioridad:

**01.10.2009 JP 2009229736**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**18.12.2014**

73 Titular/es:

**SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD (100.0%)  
27-1 Shinkawa 2-chome - Chuo-ku  
Tokyo 104-8260, JP**

72 Inventor/es:

**SUZUKI, KEIICHIRO y  
NARUMI, MASAYUKI**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 525 206 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para producir cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico

### 5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para producir un cuerpo sometido a tratamiento térmico que comprende materiales cerámicos basados en titanato de aluminio y más particularmente a un proceso para producir un cuerpo sometido a tratamiento térmico que comprende materiales cerámicos basados en titanato de aluminio por medio de tratamiento térmico de un cuerpo conformado de una mezcla de materiales de partida que contiene un polvo de fuente de aluminio y un polvo de fuente de titanio.

### **Técnica anterior**

15 Los materiales cerámicos basados en titanato de aluminio son materiales cerámicos que contienen aluminio como elemento constitutivo y que tienen un patrón de cristal de titanato de aluminio en un espectro de difracción de rayos-x. Los materiales cerámicos basados en titanato de aluminio se han conocido como materiales cerámicos que tienen excelente resistencia térmica y que tienen una capacidad de expansión térmica reducida. Los materiales cerámicos basados en titanato de aluminio se han usado de manera convencional como utensilios de tratamiento térmico tales como crisoles. Recientemente, el valor de utilidad de los materiales cerámicos basados en titanato de aluminio en los campos industriales está aumentando como material para constituir un filtro de materiales cerámicos (DPF: filtro de partículas diésel) para recoger las partículas de carbono presentes en los gases de escape liberados por un motor de combustión interna tal como un motor diésel.

25 Un proceso conocido para la producción de dichos materiales cerámicos basados en titanato de aluminio comprende someter a tratamiento térmico una mezcla de materiales de partida que contiene un polvo de un compuesto fuente de titanato de aluminio y un polvo de un compuesto fuente de aluminio tal como alúmina (véase, Documento de Patente 1).

### 30 **Documentos de la técnica anterior**

Documentos de Patente

Documento de Patente 1: WO 05/105704.

35

### **Sumario de la invención**

#### **Problemas a solucionar por medio de la invención**

40 Una etapa de desengrasado convencional para producir un cuerpo conformado cerámico tiene el problema de que el cuerpo conformado tiende a experimentar fisuración de forma sencilla durante la etapa. El cuerpo conformado cerámico se vuelve más fácil de fisurar a medida que se hace más grande. Además, en el caso de transferir el cuerpo conformado cerámico, tras el desengrasado, desde la etapa de desengrasado hasta una etapa de tratamiento térmico, el cuerpo conformado tiene un problema de baja resistencia mecánica y, de este modo, resulta muy difícil de manipular.

De este modo, la presente invención pretende proporcionar un proceso para producir un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico donde se evite la fisuración del cuerpo conformado cerámico durante la etapa de desengrasado y también se proporcione al cuerpo conformado cerámico la resistencia mecánica suficiente para la manipulación, para el caso donde tenga lugar la transferencia desde una etapa de desengrasado hasta una etapa de tratamiento térmico.

#### **Soluciones a los problemas**

55 Los presentes inventores han llevado a cabo investigaciones y han descubierto que la concentración de oxígeno durante una etapa convencional de desengrasado de un cuerpo conformado cerámico es mayor de un 0,1 %, haciendo de este modo que el cuerpo conformado experimente fisuración de manera más fácil, debido a la combustión de los componentes orgánicos tal como un aglutinante y un agente de formación de poros, presentes en una mezcla de materiales de partida. También, la disminución de la resistencia mecánica del cuerpo conformado cerámico tras la combustión de la sustancia orgánica se atribuye, de forma supuesta, a la retirada del componente de aglutinante.

65 La presente invención es para proporcionar un proceso para producir un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que comprende una etapa de conformación para obtener un cuerpo conformado cerámico por medio de conformación de una mezcla de materiales de partida que contiene componentes inorgánicos que comprenden un polvo de fuente de aluminio y un polvo de fuente de titanio y

componentes orgánicos; una etapa de desengrasado para retirar los componentes orgánicos presentes en el cuerpo conformado cerámico en una atmósfera con una concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 % y en una condición de temperatura donde la temperatura más elevada no es menor de 700 °C y no mayor de 1100 °C; y una etapa de tratamiento térmico para tratar térmicamente el cuerpo conformado cerámico a una condición de temperatura donde la temperatura más elevada no es menor de 1300 °C; por este orden, donde la atmósfera de la etapa de calentamiento hasta 1300 °C durante la etapa de tratamiento térmico tiene una concentración de oxígeno no menor de un 1 % y no mayor de un 6 %.

Preferentemente, el cuerpo conformado cerámico se mantiene a la temperatura más elevada para la etapa de desengrasado durante la etapa de desengrasado y, preferentemente, el cuerpo conformado cerámico se mantiene a la temperatura más elevada para la etapa de tratamiento térmico durante la etapa de tratamiento térmico.

Preferentemente, el cuerpo conformado cerámico se somete a tratamiento térmico en una atmósfera con una concentración de oxígeno mayor de un 5 % tras la etapa de calentamiento hasta 1300 °C durante la etapa de tratamiento térmico.

Preferentemente, los componentes inorgánicos contienen además un polvo de fuente de magnesio y un polvo de fuente de silicio.

La cantidad de componentes orgánicos presentes en el cuerpo conformado cerámico es preferentemente no inferior a 10 partes en masa y menor de 50 partes en masa, basado en 100 partes en masa del cuerpo conformado cerámico total.

Preferentemente, los componentes orgánicos contienen un agente de formación de poros, y preferentemente el agente de formación de poros es polietileno, almidón de maíz o almidón de patata.

Preferentemente, el cuerpo conformado cerámico tiene una estructura de panal de abeja y el área de corte transversal de la cara inferior del cuerpo conformado no es menor de 78,5 cm<sup>2</sup>, y la altura del cuerpo conformado no es menor de 5 cm en la configuración durante la etapa de desengrasado.

Preferentemente, se retira una parte de los componentes orgánicos y preferentemente se carboniza la parte restante durante la etapa de desengrasado.

Preferentemente, en los componentes inorgánicos anteriormente mencionados, (i) la proporción molar del polvo de fuente de aluminio expresada sobre la base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con respecto a polvo de fuente de titanio expresado sobre la base de TiO<sub>2</sub> es de 35/65 a 45/55, (ii) la proporción molar del polvo de fuente de magnesio expresado sobre la base de MgO con respecto a la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresado sobre la base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el polvo de fuente de titanio expresado sobre la base de TiO<sub>2</sub> es de 0,03 a 0,15 o (iii) el contenido del polvo de fuente de silicio expresado sobre la base de SiO<sub>2</sub> con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresado sobre la base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el polvo de fuente de titanio expresado sobre la base de TiO<sub>2</sub> es de 0,1 a 10 partes en masa.

### **Ventajas de la invención**

En el proceso de producción de la presente invención, se controla la concentración de oxígeno en el momento del calentamiento (etapa de desengrasado) para que no sea mayor de un 0,1 %, evitando de este modo la generación de calor a partir de las sustancias orgánicas y la fisuración tras el desengrasado. Quedan trazas de carbono en el cuerpo conformado cerámico tras la etapa de desengrasado (antes del tratamiento térmico), aumentando de este modo la resistencia mecánica del cuerpo conformado y haciendo que el cuerpo conformado cerámico se transfiera de forma sencilla a la etapa de tratamiento térmico.

Además, aumentado la temperatura más elevada durante la etapa de desengrasado desde la temperatura convencional de 600 a 700 °C hasta el intervalo de 700 a 1100 °C, el cuerpo conformado cerámico se vuelve más fácil de transferir a la etapa de tratamiento térmico debido a que la resistencia mecánica del cuerpo conformado cerámico tras la etapa de desengrasado aumenta debido al crecimiento de los granos.

### **Modo de llevar a cabo la invención**

< Proceso para producir un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico >

Se produce un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención por medio de desengrasado y tratamiento térmico de un cuerpo conformado de una mezcla de materiales de partida que contiene componentes inorgánicos incluyendo un polvo de fuente de aluminio y un polvo de fuente de titanio y componentes orgánicos. Un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico obtenido por medio del uso de una mezcla de materiales de partida es un cuerpo sometido a tratamiento térmico que comprende un cristal basado en titanato de aluminio.

Un polvo de fuente de aluminio presente en la mezcla de materiales de partida a proporcionar por la presente invención es un polvo de una sustancia a incorporar en un componente de aluminio que constituye un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Ejemplos del polvo de fuente de aluminio incluyen un polvo de alúmina (óxido de aluminio). La alúmina puede ser cristalina o amorfa. En el caso de que la alúmina sea cristalina, el tipo de cristal de alúmina incluye el tipo- $\gamma$ , tipo- $\delta$ , tipo- $\theta$  y tipo- $\alpha$ . En particular, entre ellas, preferentemente se usa alúmina tipo- $\alpha$ .

El polvo de fuente de aluminio puede ser un polvo de una sustancia a incorporar a la alúmina por medio de tratamiento térmico en el aire. Ejemplos de dicha sustancia incluyen una sal de aluminio, un alcóxido de aluminio, hidróxido de aluminio y un metal de aluminio.

La sal de aluminio puede ser una sal con ácidos inorgánicos o una sal con ácidos orgánicos. Ejemplos específicos de la sal inorgánica incluyen nitratos tales como nitrato de aluminio y nitrato de aluminio y amonio; y carbonatos de aluminio tales como carbonato de aluminio y amonio. Ejemplos de sal orgánica de aluminio incluyen oxalato de aluminio, acetato de aluminio, estearato de aluminio, lactato de aluminio y laurato de aluminio.

Ejemplos específicos de alcóxido de aluminio incluyen isopropóxido de aluminio, etóxido de aluminio, sec-butóxido de aluminio y terc-butóxido de aluminio.

El hidróxido de aluminio puede ser cristalino o amorfo. En el caso donde los hidróxidos de aluminio sean cristalinos, ejemplos de sus cristales incluyen tipo gibsita, tipo bayerita, tipo nordstrandita, tipo boehmita y tipo pseudoboehmita. Ejemplos de hidróxido de aluminio amorfo incluyen hidrolizado de aluminio obtenido por medio de hidrólisis de una disolución de un compuesto de aluminio soluble en agua tal como una sal de aluminio o un alcóxido de aluminio.

En la presente invención, como polvo de fuente de aluminio, se puede usar únicamente un tipo y se pueden usar dos o más tipos en combinación.

Entre estas sustancias, como polvo de fuente de aluminio, es preferible un polvo de alúmina, y es más preferible un polvo de alúmina tipo- $\alpha$ . Nótese que el polvo de fuente de aluminio puede contener componentes traza procedentes de las materias primas o inevitablemente presentes en el proceso de producción.

Como polvo de fuente de aluminio, se puede usar un producto comercializado como tal, y se puede usar un polvo de fuente de aluminio comercializado una vez que se ha sujeto a los siguientes tratamientos.

- (a) Clasificación de un polvo de fuente de aluminio comercializado por medio de tamizado y similares
- (b) Granulación de un polvo de fuente de aluminio comercializado por medio de un granulador y similares

En la presente invención, el polvo de fuente de aluminio a usar preferentemente tiene un diámetro de partícula que corresponde a un porcentaje acumulado de un 50 % en base en volumen (D50) de no menos de 20  $\mu\text{m}$  y no más de 60  $\mu\text{m}$  que se mide por medio de difracción láser. Por medio del ajuste de D50 de un polvo de fuente de aluminio dentro del intervalo, se puede obtener un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que exhibe una propiedad porosa excelente y también se puede rebajar de manera eficaz la tasa de contracción de tratamiento térmico. Más preferentemente, el D50 del polvo de fuente de aluminio no es menor de 25  $\mu\text{m}$  y no mayor de 50  $\mu\text{m}$  e incluso más preferentemente no menor de 30  $\mu\text{m}$  y no mayor de 60  $\mu\text{m}$ .

Un polvo de fuente de titanio presente en la mezcla de material de partida es un polvo de una sustancia a incorporar a un componente de titanio que constituye un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Ejemplos de dicha sustancia incluyen un polvo de óxido de titanio. Ejemplos de óxido de titanio incluyen óxido de titanio (IV), óxido de titanio (III) y óxido de titanio (II), y preferentemente se usa óxido de titanio (IV). El óxido de titanio (IV) puede ser cristalino o amorfo. En el caso donde el óxido de titanio (IV) sea cristalino, ejemplos del tipo de cristal incluyen tipo anatasa, tipo rutilo y tipo brooquita. El óxido de titanio (IV) tipo anatasa y tipo rutilo son más preferidos.

El polvo fuente de titanio a usar en la presente invención puede ser un polvo de una sustancia a incorporar a titanio (óxido de titanio) por medio de tratamiento térmico al aire. Ejemplos de dicha sustancia incluyen una sal de titanio, un alcóxido de titanio, hidróxido de titanio, nitrato de titanio, sulfuro de titanio y titanio metálico.

Ejemplos específicos de sal de titanio incluyen tricloruro de titanio, tetracloruro de titanio, sulfuro de titanio (IV), sulfuro de titanio (VI) y sulfato de titanio (V). Ejemplos específicos de alcóxido de titanio incluyen etóxido de titanio (IV), metóxido de titanio (IV), terc-butóxido de titanio (IV), isobutóxido de titanio (IV), n-propóxido de titanio (IV), tetraisopropóxido de titanio (IV) y sus compuestos quelato.

En la presente invención, como polvo de fuente de titanio, se puede usar únicamente un tipo y se pueden usar dos o más tipos en combinación.

Entre las sustancias, como polvo de fuente de titanio, preferentemente se usa un polvo de óxido de titanio y más preferentemente se usa un polvo de óxido de titanio (IV). El polvo de fuente de titanio puede contener componentes de traza procedentes de las materias primas o inevitablemente presentes en el proceso de producción.

- 5 El diámetro de partícula del polvo de fuente de titanio no está particularmente limitado, y generalmente, un polvo de fuente de titanio a usar tiene un diámetro de partícula que corresponde a un porcentaje acumulado de un 50 % en base en volumen (D50) dentro de un intervalo de 0,1 a 25  $\mu\text{m}$ , que se mide por medio de difracción láser. Con el fin de conseguir una proporción baja de contracción por tratamiento térmico, es preferible usar un polvo de fuente de titanio que tenga un D50 dentro del intervalo de 1 a 20  $\mu\text{m}$ . Nótese que un polvo de fuente de titanio puede, en
- 10 ocasiones, exhibir una distribución de tamaño de partícula bimodal y en el caso donde se use un polvo de fuente de titanio que exhiba una distribución de tamaño de partícula bimodal, el diámetro de partícula de las partículas que forman el pico de diámetro de partícula mayor, medido por medio de difracción, está preferentemente dentro del intervalo de 20 a 50  $\mu\text{m}$ .
- 15 El diámetro de moda de un polvo de fuente de titanio medido por medio de difracción no está particularmente limitado, y se pueden usar los que están dentro de un intervalo de 0,1 a 60  $\mu\text{m}$ .

En la presente invención, la proporción molar de polvo de fuente de aluminio expresado en base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina) con respecto a polvo de fuente de titanio expresado en base de  $\text{TiO}_2$  (titania) en la mezcla de materiales de partida está preferentemente dentro del intervalo de 25/65 a 45/55 y más preferentemente dentro del intervalo de 40/60 a 45/55. El uso de una cantidad de exceso de polvo de fuente de titanio con respecto a polvo de fuente de aluminio dentro del intervalo puede rebajar de manera eficaz la proporción de contracción de tratamiento térmico de un cuerpo conformado de la mezcla de materiales de partida.

25 La mezcla de materiales de partida puede contener un polvo de fuente de magnesio. En el caso de que la mezcla de materiales de partida contenga un polvo de fuente de magnesio, el cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico a obtener es un cuerpo conformado formado por un cristal de titanato de magnesio y aluminio. Ejemplos de polvo de fuente de magnesio incluyen un polvo de magnesia (óxido de magnesio) y también un polvo de una sustancia a incorporar a magnesio por medio de tratamiento térmico al aire. Ejemplos de la

30 sustancia a incorporar a magnesia por medio de tratamiento térmico al aire incluyen una sal de magnesio, un alcóxido de magnesio, hidróxido de magnesio, nitrato de magnesio y magnesio metálico.

Ejemplos específicos de sal de magnesio incluyen cloruro de magnesio, perclorato de magnesio, fosfato de magnesio, pirofosfato de magnesio, oxalato de magnesio, nitrato de magnesio, carbonato de magnesio, acetato de

35 magnesio, sulfato de magnesio, citrato de magnesio, lactato de magnesio, estearato de magnesio, salicilato de magnesio, miristato de magnesio, gluconato de magnesio, dimetacrilato de magnesio y benzoato de magnesio.

Ejemplos específicos de alcóxido de magnesio incluyen metóxido de magnesio y etóxido de magnesio. El polvo de fuente de magnesio puede contener componentes traza procedentes de materias primas e inevitablemente presentes en el proceso de producción.

40

Como polvo de fuente de magnesio, también se puede usar un polvo de un compuesto que sirve como fuente de magnesio y fuente de aluminio. Ejemplos de dicho compuesto incluyen una espinela de magnesia ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ). En el caso de usar, como polvo de fuente de magnesio, el polvo de un compuesto que sirve como fuente de magnesio y fuente de aluminio, su contenido se controla para ajustar la proporción molar de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresado en base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina) y el componente de Al expresado como base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina) presente en el polvo de un compuesto que sirve como fuente de magnesio y fuente de aluminio, con respecto al contenido del polvo de fuente de titanio expresado en base de  $\text{TiO}_2$  (titania), dentro del intervalo anteriormente mencionado en la mezcla de materiales de partida.

45

50

En la presente invención, como polvo de fuente de magnesio, se puede usar únicamente un tipo y se pueden usar dos o más tipos en combinación.

El diámetro de partícula del polvo de fuente de magnesio no está particularmente limitado, y generalmente, una fuente de magnesio a usar preferentemente tiene un diámetro de partícula que corresponde a un porcentaje acumulado de un 50 % en base en volumen (D50) dentro del intervalo de 0,5 a 30  $\mu\text{m}$ , que se mide por medio de difracción láser. Desde el punto de vista de evitar la proporción de contracción por tratamiento térmico de un cuerpo conformado de mezcla de materiales de partida, es preferible usar un polvo de fuente de magnesio que tenga un D50 dentro del intervalo de 3 a 20  $\mu\text{m}$ .

55

60

El contenido de polvo de fuente de magnesio expresado en base de MgO (magnesia) en la mezcla de materiales de partida es, en proporción molar, preferentemente de 0,03 a 0,15 y más preferentemente de 0,03 a 0,13, e incluso más preferentemente de 0,03 a 0,12, con respecto a la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresado en base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina) y el polvo de fuente de titanio expresado en base de  $\text{TiO}_2$  (titania). Por medio del ajuste del contenido de polvo de fuente de magnesio dentro de este intervalo, se puede obtener de manera relativamente

65

sencilla un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico con mejor resistencia térmica, diámetro de poro grande y porosidad abierta.

La mezcla de materiales de partida puede contener además un polvo de fuente de silicio. El polvo de fuente de silicio es un polvo de una sustancia a incorporar a un componente de silicio presente en el cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Por medio del uso de un polvo de fuente de silicio en combinación, se puede obtener un cuerpo basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico con mejor resistencia térmica. Ejemplos de polvos de fuente de silicio incluyen polvos de óxidos de silicio (sílice) tal como dióxido de silicio y monóxido de silicio.

El polvo de fuente de silicio puede ser un polvo de una sustancia a incorporar a la sílice por medio de tratamiento térmico al aire. Ejemplos de dicha sustancia incluyen ácido salicílico, carburo de silicio, nitruro de silicio, sulfuro de silicio, tetracloruro de silicio, acetato de silicio, silicato de sodio, ortosilicato de sodio, feldespatos y fritas de vidrio. Entre ellos, preferentemente, se usa feldespato, fritas de vidrio y similares, y desde el punto de vista de facilidad de disponibilidad industrial y estabilidad de la composición, preferentemente se usa más fritas de vidrio y similares. Nótese que fritas de vidrio significa vidrio en forma de escamas o vidrio en forma de polvo por medio de pulverización de vidrio. Preferentemente, se usa un polvo que comprende una mezcla de feldespato y fritas de vidrio como polvo de fuente de silicio.

En el caso de usar fritas de vidrio, la fritas de vidrio que tiene un punto de deformación no menor de 700 °C, se usa preferentemente desde el punto de vista de mejora adicional de la resistencia de descomposición térmica del cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico a obtener. En la presente invención, el punto de deformación de la fritas de vidrio se define como la temperatura (°C) a la cual se detiene la expansión y posteriormente comienza la contracción en el caso de que se mida la expansión de la fritas de vidrio por medio de análisis termo mecánico (TMA: Análisis Termo Mecánico) por medio de elevación de la temperatura.

Como vidrio que constituye la fritas de vidrio, se puede usar vidrio de silicato común que contiene silicato ( $\text{SiO}_2$ ) como componente principal (más de un 50 % en masa de todos los componentes). El vidrio que constituye la fritas de vidrio puede además contener, como otros componentes, tales como alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de sodio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), óxido de potasio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ) y magnesia ( $\text{MgO}$ ) y similares, similarmente al vidrio de silicato común. El vidrio que constituye la fritas de vidrio también puede contener  $\text{ZrO}_2$  con el fin de mejorar la resistencia al agua caliente del propio vidrio.

En la presente invención, como polvo de fuente de silicio, se puede usar un tipo únicamente o se pueden usar dos o más tipos en combinación.

El diámetro de partícula del polvo de fuente de silicio no está particularmente limitado, y generalmente, un polvo de fuente de silicio a usar tiene un diámetro de partícula que corresponde a un porcentaje acumulado de un 50 % en base en volumen (D50), dentro del intervalo de 0,5 a 30  $\mu\text{m}$ , que se mide por medio de refractometría láser. Con el fin de mejorar más la proporción de relleno del cuerpo conformado de una mezcla de materiales de partida y obtener un cuerpo sometido a tratamiento térmico con resistencia mecánica mejorada, es más preferible usar un polvo de fuente de silicio que tenga un D50 dentro del intervalo de 1 a 20  $\mu\text{m}$ .

En el caso de que la mezcla de materiales de partida contenga el polvo de fuente de silicio, el contenido de polvo de fuente de silicio en la mezcla de materiales de partida expresada como base de  $\text{SiO}_2$  (sílice) generalmente es de 0,1 a 10 partes en masa y preferentemente no más de 5 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresada en base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alúmina) y polvo de fuente de titanio expresado en base de  $\text{TiO}_2$  (titanio). El polvo de fuente de silicio puede contener componentes de traza procedentes de materias primas o inevitablemente presentes en el proceso de producción.

En la presente invención, de forma similar a un óxido compuesto tal como una espinela de magnesia ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ), se puede usar un compuesto que tenga dos o más elementos metálicos como componentes entre titanio, aluminio, silicio y magnesio, como polvo de materiales de partida. En este caso, se puede considerar que dicho compuesto es el mismo que la mezcla de materiales de partida obtenida por medio de mezcla de los respectivos compuestos metálicos. Basándose en esta consideración, se ajustan los contenidos de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio, y polvo de fuente de silicio en la mezcla de materiales de partida en los intervalos anteriormente mencionados.

Además, la mezcla de materiales de partida puede contener titanato de aluminio o el propio titanato de aluminio y magnesio. En caso de usar titanato de aluminio y magnesio como componentes constitutivos de la mezcla de materiales de partida, el titanato de aluminio y magnesio corresponde a un material de partida que sirve como fuente de titanio, fuente de aluminio y fuente de magnesio.

La mezcla de material de partida de la presente invención se mezcla además con un aditivo (materia orgánica) tal como un agente de formación de poros, un aglutinante, un lubricante, un plastificante, un dispersante y un disolvente, por ejemplo.

- 5 Ejemplos de agente de formación de poros incluyen materiales de carbono tales como grafito; resinas tales como polietileno, materiales vegetales de polipropileno y poli(metacrilato de metilo) tales como almidón, cáscaras de nuez, y maíz; hielo y hielo seco. Debido a que el polietileno, almidón de maíz y almidón de patata tienen una cantidad de elevada de generación de calor en el momento de la combustión de los mismos, el proceso de producción de la presente invención es particularmente eficaz en el caso de usar polietileno, almidón de maíz y almidón de patata como agente de formación de poros. El contenido de aditivos del agente de formación de poros es generalmente de 0 a 40 partes en masa y preferentemente de 0 a 25 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio.
- 10 Ejemplos de aglutinante incluyen celulosas tales como metil celulosa, carboxi metil celulosa, y carboxil metil celulosa de sodio, alcoholes tales como poli(alcohol vinílico); sales tales como sal de ácido lignino sulfónico; ceras tales como cera de parafina y cera microcristalina; y resinas termoplásticas tales como EVA, polietileno, poliestireno, un polímero de cristal líquido y un plástico sometido a estudio técnico. Generalmente, el contenido de aditivo del aglutinante no es mayor de 20 partes en masa y preferentemente no mayor de 15 partes en masa con respecto a 15 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio.
- 20 Ejemplos de lubricante y plastificante incluyen alcoholes tales como glicerina; ácidos grasos superiores tales como ácido cáprico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido algínico, ácido oleico y ácido esteárico; y sales metálicas de ácido esteárico tales como estearato de aluminio. El contenido de aditivo del lubricante y plastificante es generalmente de 0 a 10 partes en masa, preferentemente de 1 a 7 partes en masa y más preferentemente de 1 a 5 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total del polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio.
- 25 Ejemplos de dispersante incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido nítrico, ácido clorhídrico y ácido sulfúrico; ácidos orgánicos tales como ácido oxálico, ácido cítrico, ácido acético, ácido málico y ácido láctico; alcoholes tales como metanol, etanol y propanol; y tensioactivos tales como policarboxilato de amonio y éter alquílico de polioxialquileno. Generalmente, el contenido de aditivo del dispersante es de 0 a 20 partes en masa y preferentemente de 2 a 8 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio.
- 30 Ejemplos de disolvente incluyen alcoholes monohídricos (metanol, etanol, butanol y propanol), glicoles (propilén glicol, polipropilén glicol y etilén glicol, etc.) y agua. Es preferible que los disolventes no contengan agua y es más preferible el uso de agua sometida a intercambio iónico desde el punto de vista de las impurezas. El contenido de disolvente a usar es generalmente de 10 a 100 partes en masa y preferentemente de 20 a 80 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio.
- 35 La cantidad total de los componentes tales como agente de formación de poros, aglutinante, lubricante, plastificante, dispersantes y disolventes es preferentemente no menor de 10 partes en masa y menor de 50 partes en masa y más preferentemente no menor de 15 partes en masa y no mayor de 30 partes en masa, basado en 100 partes en masa del cuerpo conformado cerámico (la cantidad total de los componentes inorgánicos y componentes orgánicos).
- 40 Se puede obtener una mezcla de materiales de partida a proporcionar para la conformación, por medio de mezcla (amasado) de componentes inorgánicos como polvo de fuente de aluminio y polvo de fuente de titanio así como también polvo de fuente de magnesio y polvo de fuente de silicio a usar de forma arbitraria con varios tipos de los componentes orgánicos anteriormente mencionados.
- 45 En la presente invención, en primer lugar se obtiene un cuerpo conformado cerámico por medio de conformación de la mezcla de materiales de partida que contienen componentes inorgánicos tales como el polvo de fuente de aluminio y el polvo de fuente de titanio así como también el polvo de fuente de magnesio y el polvo de fuente de silicio a usar de forma arbitraria y los componentes orgánicos (diversos tipos de aditivos) y a continuación se somete el cuerpo conformado obtenido a una etapa de desengrasado y una etapa de tratamiento térmico para obtener un cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Llevando a cabo el tratamiento térmico tras la conformación, se puede obtener un cuerpo cerámico poroso de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que comprende un cristal de aluminio que mantiene las formas de poro.
- 50 La estructura del cuerpo cerámico conformado no está particularmente limitada y ejemplos pueden incluir una forma de panal de abeja, una forma de tipo varilla, una forma tubular, una forma de tipo placa y una forma de tipo crisol. La forma de panal de abeja resulta particularmente preferida y el área de corte transversal de la cara inferior del cuerpo conformado no es menor de  $78,5 \text{ cm}^2$ , y la altura del cuerpo conformado no es menor de 5 cm en la configuración, durante la etapa de desengrasado mencionada a continuación. Un cuerpo conformado de mayor tamaño con el tamaño anteriormente mencionado se vuelve más susceptible de fisuración durante la etapa de desengrasado, y por tanto el efecto del proceso de producción de la presente invención es particularmente significativo. Una máquina de conformación usada para la conformación de la mezcla de materiales de partida para dar lugar un cuerpo
- 55 60 65

conformado cerámico incluye una máquina de prensa uniaxial, una máquina de conformación de extrusión, una máquina de formación de comprimidos y un granulador.

(Etapa de desengrasado)

5 En la presente invención, el cuerpo conformado cerámico se somete a una etapa de desengrasado antes de ser sometido a la etapa de tratamiento térmico con el fin de retirar un componente orgánico tal como un aglutinante orgánico presente en el cuerpo conformado cerámico (o mezcla de materiales de partida). La etapa de desengrasado se lleva a cabo en una atmósfera con una concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 %. En la  
10 presente memoria descriptiva, la unidad "%" que se usa como unidad de concentración de oxígeno significa "% en volumen". Por medio del control de la concentración de oxígeno para que no sea mayor de un 0,1 % durante la etapa de desengrasado (en el momento del calentamiento), se evita la generación de calor a partir de sustancias orgánicas y, de este modo, se puede evitar la fisuración tras el desengrasado. Llevando a cabo el desengrasado con la concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 %, se retira una parte de los componentes orgánicos y se carboniza  
15 el remanente en el cuerpo conformado cerámico, durante la etapa de desengrasado. Las trazas de carbono quedan en el cuerpo conformado cerámico como se ha descrito anteriormente, por consiguiente aumenta la resistencia del cuerpo conformado y la transferencia del cuerpo conformado cerámico a la etapa de tratamiento térmico se vuelve más sencilla. El ejemplo de la atmósfera para la etapa de desengrasado incluye la atmósfera de gas inerte tal como gas de nitrógeno y gas de argón; atmósfera de gas reductor tal como gas de monóxido de carbono y gas de hidrógeno; y vacío. También se puede rebajar la concentración de oxígeno por medio de tratamiento térmico en la  
20 atmósfera con una menor presión parcial de vapor de agua y por medio de formación de vapor con carbón vegetal.

La condición de temperatura durante la etapa de desengrasado es que la temperatura más elevada no sea inferior a  
25 700 °C y no mayor de 1100 °C, y más preferentemente no menor de 800 °C y no mayor de 1000 °C. Aumentando la temperatura más elevada durante la etapa de desengrasado desde el valor convencional de 600 a 700 °C hasta al intervalo de 700 a 1100 °C, aumenta la resistencia mecánica del cuerpo conformado cerámico tras la etapa de desengrasado debido al crecimiento de los granos, y la transferencia del cuerpo conformado cerámico hasta la etapa de tratamiento térmico se vuelve más sencilla. Durante la etapa de desengrasado, preferentemente se evita la tasa de calentamiento hasta la temperatura más elevada tanto como sea posible (por ejemplo, de 5 a 150 °C/h) con el fin  
30 de evitar la fisuración del cuerpo conformado cerámico. La tasa de calentamiento significa cada tasa de calentamiento en cada etapa de calentamiento excluyendo la etapa de mantenimiento.

Generalmente, el desengrasado se lleva a cabo usando el mismo horno que para el tratamiento térmico general, tal como un horno eléctrico tubular, una horno eléctrico de tipo caja, un horno de túnel, un horno de infrarrojos lejano,  
35 un horno de calentamiento de microondas, un horno de cuba, un horno de reverberación, un horno rotatorio, un horno de forja de rodillos y un horno de combustión de gas. Se puede llevar a cabo el desengrasado por lotes o de manera continua. También se puede llevar a cabo el desengrasado de manera estática o de manera de fluidización.

Durante la etapa de desengrasado, es preferible mantener el cuerpo conformado cerámico a la temperatura más elevada (no inferior a 700 °C y no mayor de 1100 °C) mencionada anteriormente. El tiempo necesario para el desengrasado puede resultar suficiente si es suficiente para llevar a cabo la combustión de una parte de los componentes orgánicos presentes en el cuerpo conformado cerámico, y preferentemente para llevar a cabo la combustión de no menos de un 90 % en masa y no más de un 99 % en masa de los componentes orgánicos presentes en el cuerpo conformado cerámico (es decir, el total de los componentes orgánicos presentes en la  
45 mezcla de materiales de partida). Específicamente, el tiempo necesario para mantener el cuerpo conformado cerámico a la temperatura más elevada depende de la cantidad de mezcla de materiales de partida, el modelo del horno a emplear para el desengrasado, la condición de temperatura, y la atmósfera, y el tiempo es generalmente de 1 minuto a 10 horas y preferentemente de 1 a 7 horas. Tras mantener a la temperatura más elevada, se puede enfriar el cuerpo conformado cerámico hasta temperatura ambiente (por ejemplo, de 20 °C a 25 °C) y la tasa de enfriamiento es, por ejemplo, de 70 a 120 °C/hora.  
50

(Etapa de tratamiento térmico)

En la presente invención, se somete el cuerpo conformado cerámico a una etapa de tratamiento térmico tras la etapa de desengrasado. Generalmente, la temperatura más elevada durante la etapa de tratamiento térmico (temperatura de tratamiento térmico) no es inferior a 1300 °C y preferentemente no inferior a 1400 °C. Generalmente, la temperatura de tratamiento térmico no es mayor de 1650 °C, y preferentemente no mayor de 1550 °C. La tasa de calentamiento hasta la temperatura de tratamiento térmico no está particularmente limitada y generalmente es de 1 °C/hora hasta 500 °C/hora. En el caso donde se use polvo de fuente de silicio, es preferible  
60 ajustar una etapa de mantenimiento del cuerpo conformado en un intervalo de temperatura de 1100 a 1300 °C durante no más de 3 horas antes de la etapa de tratamiento térmico. Este proceso puede acelerar la fusión y la difusión del polvo de fuente de silicio.

Durante la etapa de tratamiento térmico de la presente invención, se lleva a cabo el calentamiento hasta 1300 °C en atmósfera con una concentración de oxígeno no inferior a un 1 % y no mayor de un 6 %. Controlando, la concentración de oxígeno para que no sea mayor de un 6 %, se puede evitar la combustión de los carburos  
65



restantes durante la etapa de desengrasado, y por consiguiente apenas tiene lugar la fisuración en el cuerpo conformado cerámico durante la etapa final. Además, debido a que sale una cantidad apropiada de oxígeno, se pueden retirar completamente los componentes orgánicos del cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que se pretende obtener al final. No obstante, en caso de llevar a cabo el tratamiento térmico en atmósfera con una concentración de oxígeno menor de un 1 %, posiblemente quedan los carburos (hollín) de los componentes orgánicos en el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que se pretende obtener en algunos casos. Dependiendo de los tipos y las proporciones de contenido de los polvos de material de partida a usar (es decir, el polvo de fuente de aluminio, el polvo de fuente de titanio, el polvo de fuente de magnesio y el polvo de fuente de silicio), se puede llevar a cabo el tratamiento térmico en un gas inerte tal como gas de nitrógeno y gas de argón o en un gas reductor tal como gas de monóxido de carbono y gas de hidrógeno. Además, el tratamiento térmico se puede llevar a cabo en la atmósfera con una presión parcial de vapor de agua menor.

Además, es preferible que el tratamiento térmico (mantener a la temperatura más elevada) se lleve a cabo en atmósfera con una concentración de oxígeno mayor de un 5 % tras calentar hasta 1300 °C. Nótese que en caso de que la temperatura de tratamiento térmico (es decir, la temperatura más elevada) sea mayor de 1300 °C, la atmósfera de 1300 °C hasta la temperatura de tratamiento térmico puede ser la atmósfera con una concentración de oxígeno no inferior a un 1 % y no superior a un 6 %, o superior a un 5 %.

Para el tratamiento térmico, se puede usar el mismo horno de tratamiento térmico usado para el desengrasado. El tratamiento térmico se puede llevar a cabo de manera discontinua o de manera continua. El tratamiento térmico también se puede llevar a cabo de manera estática o de manera de fluidización.

El tiempo requerido para el tratamiento térmico, específicamente el mantenimiento de un tiempo a la temperatura de tratamiento térmico (temperatura más elevada), es suficiente si es suficiente para provocar el tránsito del cuerpo conformado de la mezcla de materiales de partida hasta un cristal basado en titanato de aluminio. El tiempo necesario para el tratamiento térmico difiere dependiendo de la cantidad de mezcla de materiales de partida, el modelo del horno de tratamiento térmico, la temperatura de tratamiento térmico y la atmósfera de tratamiento térmico, y es generalmente de 10 minutos a 24 horas.

En la manera anteriormente mencionada, se puede obtener el cuerpo cerámico deseado de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Dicho cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico tiene la estructura mantenida que tiene aproximadamente la misma forma que la del cuerpo conformado inmediatamente después de la conformación. El cuerpo cerámico obtenido de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico se puede procesar para que tenga la forma deseada por medio de procesamiento de molienda y similares.

El cuerpo cerámico obtenido de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de acuerdo con la presente invención puede contener patrones de cristal de alúmina y titanio así como también los patrones de cristal de titanato de aluminio y titanato de magnesio y aluminio en un espectro de rayos-x. En caso de que el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención contenga un cristal de titanato de aluminio y magnesio, se puede definir por medio de la fórmula de composición:  $Al_{2(1-x)}Mg_xTi_{(1+x)}O_5$  donde el valor de  $x$  no es menor de 0,03, preferentemente no inferior a 0,03 y no mayor de 0,15, y más preferentemente no inferior a 0,03 y no mayor de 0,12. El cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico obtenido de acuerdo con la presente invención puede contener además componentes de traza procedentes de materias primas o inevitablemente presentes en el proceso de producción.

El cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención es un material cerámico poroso que principalmente contiene un cristal de base de titanato de aluminio. "Principalmente contiene un cristal de base de titanato de aluminio" significa que la fase de cristal principal que constituye el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico es una fase de cristal de base de titanato de aluminio (por ejemplo, no menos de un 80 % de fase de cristal basada en titanato de aluminio) y la fase de cristal basada en titanato de aluminio puede ser, por ejemplo, la fase de cristal de titanato de aluminio y la fase de cristal de titanato de magnesio y aluminio.

El cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención puede contener una fase (fase de cristal) diferente de la fase de cristal basado en titanato de aluminio. Ejemplos de la fase (fase de cristal) diferente de la fase de cristal basado en titanato de aluminio incluyen fases procedentes de materiales de partida usados para producir el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico. Las fases procedentes de los materiales de partida incluyen, más específicamente, las fases procedentes del polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio y/o polvo de fuente de magnesio restante sin conducir a la fase de cristal basada en titanato de aluminio en el caso de producir un cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico por medio del proceso de producción de la presente invención. En caso de que la mezcla de materiales de partida contenga polvo de fuente de silicio, el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico contiene además una fase derivada del polvo de fuente de silicio tal como una fase de vidrio que contiene un componente de  $SiO_2$ .

La estructura del cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención no está particularmente limitada y puede ser con forma de panal de abeja, forma de tipo varilla, forma tubular, forma de tipo placa (de tipo lámina) y forma de tipo crisol. En caso de usar un filtro cerámico tal como DPF, es preferible que el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención tenga forma de estructura de panal de abeja.

En caso de que el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico se use para filtro cerámico tal como DPF y similares, se hace posible controlar la porosidad abierta del cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico para que no sea inferior a un 35 % con el fin de obtener un filtro cerámico con una capacidad de recogida mejorada (capacidad de adsorción) del objeto a recoger tal como partículas diésel y también una disminución de presión reducida de gas objeto de tratamiento con el filtro (gases de escape liberados por un motor diésel, y similares) y, de este modo, rendimientos de filtración excelentes. El límite superior de la porosidad abierta del cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico no está particularmente limitado y puede ser inferior a aproximadamente un 45 %, por ejemplo. Se puede medir la porosidad del cuerpo cerámico sometido a tratamiento térmico por medio de un método de Arquímedes de inmersión del cuerpo sometido a tratamiento térmico en agua.

El cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención puede contener una fase vítrea. La fase vítrea se refiere a una fase amorfa que contiene SiO<sub>2</sub> como componente principal. En este caso, el contenido de la fase vítrea es preferentemente no mayor de un 5 % en más y preferentemente no menor de un 2 % en masa. Resulta fácil que contenga no más de un 5 % en masa de fase vítrea para obtener un cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que cumpla las características de poro necesarias para el filtro cerámico tal como DPF.

Preferentemente, el proceso para producir el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico se puede emplear para producir el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención que tiene las características de poro anteriormente mencionadas y que principalmente contiene un cristal de titanato de aluminio. Es decir, el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención se puede obtener logrando un cuerpo conformado por medio de conformación de una mezcla de materiales de partida que contienen el polvo de fuente de aluminio y el polvo de fuente de titanio así como también el polvo de fuente de magnesio y el polvo de fuente de silicio a usar de forma arbitraria y posteriormente someter a tratamiento térmico el cuerpo conformado. El cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico obtenido por medio del presente proceso es un cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que principalmente contiene un cristal basado en titanato de aluminio.

Con el fin de conferir las características de poro al cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico, preferentemente la mezcla de materiales de partida contiene el polvo de fuente de silicio. Las sustancias mencionadas anteriormente se pueden usar como polvo de fuente de silicio y en particular se usan frita de vidrio, feldespato y sus mezclas. Con el fin de conferir las características de poro anteriormente mencionadas al cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico, preferentemente se ajusta el contenido de polvo de fuente de silicio en los componentes inorgánicos presentes en la mezcla de materiales de partida para que no sea inferior a un 2 % en masa y no mayor de un 5 % en masa. Los componentes inorgánicos presentes en la mezcla de materiales de partida contienen los elementos que constituyen el cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico y son normalmente el polvo de fuente de aluminio, el polvo de fuente de titanio, el polvo de fuente de magnesio y el polvo de fuente de silicio. En caso de que los componentes orgánicos (aditivos tales como un agente de formación de poros, un aglutinante, un lubricante, un plastificante y un dispersante) presentes en la mezcla de materiales de partida contengan componentes inorgánicos, los componentes inorgánicos también está incluidos.

Con el fin de conferir las características de poro al cuerpo cerámico de titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico, preferentemente la mezcla de materiales de partida contiene el polvo de fuente de magnesio. Un contenido preferido del polvo de fuente de magnesio en la mezcla de materiales de partida es como se ha descrito anteriormente.

## Ejemplos

A continuación, la presente invención se describe con más detalle con referencia a los ejemplos; no obstante la presente invención no debería limitarse a estos ejemplos.

### (1) Distribución de diámetro de partícula del polvo de material de partida

Se midieron un diámetro de partícula que correspondía a un porcentaje acumulado de un 10 % en base en volumen (D10), un diámetro de partícula que correspondía a un porcentaje acumulado de un 50 % en base en volumen (D50), y un diámetro de partícula que correspondía a un porcentaje acumulado de un 90 % en base en volumen (D90) de un polvo de material de partida, por medio de una medición de distribución de tamaño de partícula de tipo difracción láser (Microtrac HRA (X-100), fabricada por Nikkiso Co. Ltd.).

(2) Proporción de contracción por tratamiento térmico

Se midieron los valores de longitud de un cuerpo conformado en una estructura de panal de abeja antes del desengrasado (tras el conformado por extrusión) y los de un cuerpo conformado tras el desengrasado y el tratamiento térmico, para cada dos puntos en la dirección de un corte transversal (corte transversal de cuerpo conformado en la dirección perpendicular a la dirección de extrusión). Se obtuvo la media de estos valores, y se proporcionó para el cálculo de la proporción de contracción por tratamiento térmico como la longitud media tras la conformación por extrusión y antes del desengrasado (longitud media antes del tratamiento térmico) y la longitud media tras el tratamiento térmico (longitud media tras el tratamiento térmico). Se calculó la proporción de contracción por tratamiento térmico de acuerdo con la siguiente fórmula.

$$\text{Proporción de contracción por tratamiento térmico (\%)} = \left\{ 1 - \frac{\text{longitud media tras el tratamiento térmico}}{\text{longitud media antes del tratamiento térmico}} \right\} \times 100.$$

(Ejemplo 1)

Se proporcionaron los siguientes materiales en forma de polvos de materiales de partida.

(1) Polvo de fuente de aluminio

Polvo de fuente de aluminio (polvo de  $\alpha$ -alúmina) con un diámetro medio de partícula (D50) de 29  $\mu\text{m}$  25,23 partes en masa

(2) Polvo de fuente de titanio

Polvo de fuente de titanio (cristal de tipo rutilo) con D50 de 1,0  $\mu\text{m}$  43,00 partes en masa

(3) Polvo de fuente de magnesio

Polvo de espinela de magnesio con D50 de 5,5  $\mu\text{m}$  16,06 partes en masa

(4) Polvo de fuente de silicio

Frita de vidrio con D50 de 8,5  $\mu\text{m}$  (CK0832, fabricado por Takara Standar) 3,51 partes en masa

(5) Agente de formación de poros (polvo de polietileno)

12,20 partes en masa

Se preparó la mezcla de polvo de fuente de aluminio, polvo de fuente de titanio, polvo de fuente de magnesio, polvo de fuente de silicio y agente de formación de poros (polvo de polietileno) como 100 partes en masa y se añadió por medio de 5,49 partes en masa de metil celulosa y 2,35 partes en masa de hidroxopropil metil celulosa en forma de aglutinantes, 0,40 partes en masa de glicerina y 4,64 partes en masa de Unilube como lubricantes, y 29,22 partes en masa de agua como medio de dispersión, y se amasó con un amasador para proporcionar un cuerpo verde (mezcla de materiales de partida para conformación). Posteriormente, se sometió el cuerpo verde a conformación por extrusión para preparar un cuerpo conformado cerámico de panal de abeja (densidad de células de 300 cpsi, espesor de pared celular de 0,3 mm) que tenía una forma de tipo columnar con un diámetro de 160 mm y una altura de 260 mm, así como un gran número de orificios pasantes en la dirección de altura. La Tabla 1 recoge los componentes de materiales de partida respectivos. Nótese que el diámetro de moda de óxido de titanio (IV) fue de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ .

[Tabla 1]

Mezcla de precursor		Diámetros medio de partícula ( $\mu\text{m}$ )	Contenido (partes en masa)
Polvo de material de partida	Óxido de titanio (IV)	1	43,00
	Polvo de $\alpha$ -alúmina	29	25,23
	Polvo de espinela de magnesio	5,5	16,06
	Frita de vidrio	8,5	3,51
Agente de formación de poros	Polvo de polietileno	-	12,20

Mezcla de precursor		Diámetros medio de partícula (µm)	Contenido (partes en masa)
Aglutinante	Metil celulosa	-	5,49
	Hidroxipropil metil celulosa	-	2,35
Lubricantes	Unitube (marca registrada)	-	4,64
	Glicerina	-	0,40

En la Tabla 1, Unilube (marca registrada) es un compuesto de tipo polioxialquileo fabricado por Nippon Oil & Fats Co., Ltd. Todo el agente de formación de poros, el aglutinante y el lubricante de la Tabla 1 fueron componentes (sustancias orgánicas) sometidos a combustión por medio de tratamiento térmico. El contenido de polvo de fuente de titania expresado en base de titania fue de 49,0 partes en masa; el contenido de polvo de fuente de aluminio expresado en base de alúmina fue de 41,8 partes en masa; el contenido de polvo de fuente de magnesio expresado en base de magnesia fue de 5,2 partes en masa; y el contenido de polvo de fuente de silicio expresado en base de sílice (es decir, el componente de SiO<sub>2</sub> en la frita de vidrio fue de un 100 % en masa) fue de 4,0 partes en masa en 100 partes en masa de la cantidad total de los componentes excluyendo los componentes anteriormente mencionados a retirar por medio de tratamiento térmico (es decir, el polvo de material de partida) de los componentes de material de partida listados en la Tabla 1.

Se secó el cuerpo conformado obtenido de panal de abeja por medio de secado con microondas durante 10 minutos con una potencia de salida ajustada para que fuera de aproximadamente 1 W/1 g dependiendo del peso de la muestra. El tamaño del cuerpo conformado disminuyó hasta aproximadamente 150 mm de diámetro por medio de secado. Se cortó el cuerpo conformado secado de panal de abeja con una altura de 215 mm. El peso fue de 2970 g.

(Etapa de desengrasado)

A continuación, se sometió el cuerpo conformado cerámico a una etapa de desengrasado para retirar las sustancias orgánicas (desengrasado) presentes en el mismo. En primer lugar, se calentó un cuerpo conformado cerámico no sometido a tratamiento térmico hasta 110 °C en atmósfera de nitrógeno con una concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 % en volumen y se mantuvo durante 4 horas, posteriormente se calentó hasta 170 °C, a una tasa de calentamiento de 7 °C/hora y se mantuvo durante 4 horas. Posteriormente, se calentó el cuerpo conformado cerámico a 900 °C, a una tasa de calentamiento de 7 a 20 °C/hora y se mantuvo durante 4 horas. Posteriormente, se enfrió el cuerpo conformado a 20 °C a una tasa de enfriamiento de 100 °C/hora. La etapa de desengrasado proporciona un cuerpo conformado cerámico de color negro que contiene sustancias no sometidas a tratamiento térmico (carburos) de las sustancias cerámicas restantes en aproximadamente un 0,5 % en masa del peso húmedo (es decir, el peso total del cuerpo cerámico conformado tras la etapa de desengrasado) (por consiguiente, se retiró aproximadamente un 98,2 % en masa de los componentes orgánicos presentes en la mezcla de materiales de partida). No tuvo lugar fisuración muestra alguna (5 muestras) del cuerpo conformado cerámico de color negro obtenido. Se midió la resistencia al machacado del cuerpo conformado cerámico de panal de abeja (diámetro de 25,4 mm, densidad celular de 300 cpsi, espesor de pared celular de 0,3 mm) tras la etapa de desengrasado para encontrar un valor de 1 N (Newton).

(Etapa de tratamiento térmico)

A continuación, se calentó el cuerpo conformado cerámico de color negro que contenía aproximadamente un 0,5 % en masa de las sustancias orgánicas restantes no sometidas a tratamiento térmico hasta 900 °C a una tasa de calentamiento de 50 °C/hora en atmósfera con una concentración de oxígeno de un 2 % en volumen y se mantuvo durante 5 horas. Posteriormente, se calentó el cuerpo conformado cerámico hasta aproximadamente 1300 °C a una tasa de calentamiento de 20 °C/hora; se modificó la concentración de oxígeno para que fuera de un 21 % en volumen; y se calentó el cuerpo cerámico conformado hasta 1500 °C a una tasa de calentamiento de 20 °C/hora, y se mantuvo durante 5 horas. Posteriormente, se rebajó la temperatura a 100 °C/hora para obtener una pieza de cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico.

Durante la etapa de desengrasado y la etapa de tratamiento térmico del presente Ejemplo, se colocaron de 30 a 50 g de perlas de ZrO<sub>2</sub> con un diámetro de 0,3 mm sobre un placa de suelo de mullita y se estableció el cuerpo conformado de panal de abeja, se desengrasó y se sometió a tratamiento térmico. Posteriormente, el coeficiente de fricción cuando el cuerpo conformado se deslizó al tiempo que se colocaba de 30 a 50 g de perlas de ZrO<sub>2</sub> con un diámetro de 0,3 mm sobre un placa de suelo de mullita fue de aproximadamente  $1 \times 10^{-3}$  N para 1 g de cuerpo conformado.

(Ejemplo 2)

Se obtuvo un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la misma forma que en el Ejemplo 1, exceptuando que se modificó el perfil de calentamiento durante la etapa de desengrasado como se describe a continuación.

(Etapa de desengrasado)

En primer lugar, se calentó un cuerpo conformado cerámico no sometido a tratamiento térmico hasta 170 °C a una tasa de calentamiento de 50 °C/hora en atmósfera de nitrógeno con una concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 % en volumen, posteriormente, se calentó hasta 600 °C a una tasa de calentamiento de 30 °C/hora, y sucesivamente se calentó hasta 1000 °C a una tasa de calentamiento de 50 °C/hora, y se mantuvo durante 4 horas. Posteriormente, se enfrió el cuerpo conformado hasta 20 °C a una tasa de enfriamiento de 100 °C/hora. Se midió la resistencia al machacado del cuerpo conformado cerámico de panal de abeja (diámetro de 25,4 mm, densidad celular de 300 cpsi, espesor de pared celular de 0,3 mm) tras la etapa de desengrasado para encontrar un valor de 1 N (Newton).

Se molieron los cuerpos cerámicos de titanato de aluminio sometidos a tratamiento térmico obtenidos en los Ejemplos 1 y 2 en un mortero y se midieron los espectros difractométricos de los polvos obtenidos por medio de difracción de rayos-x para encontrar que ambos polvos exhibieron un pico cristalino de titanato de magnesio y aluminio. La proporción de contracción por tratamiento térmico del cuerpo conformado cerámico obtenido por medio de conformación de la mezcla de materiales de partida fue de un 9 %. En el caso de que los cuerpos cerámicos de titanato de aluminio sometidos a tratamiento térmico de los Ejemplos 1 y 2 vinieran definidos por medio de la fórmula de composición:  $Al_{2(1-x)}Mg_xTi_{(1+x)}O_5$ , el valor de x fue de 0,12 para ambos.

(Ejemplo Comparativo 1)

Se produjo un cuerpo conformado cerámico de panal de abeja de la misma forma que en el Ejemplo 1 y se llevó a cabo la etapa de desengrasado modificando el perfil de calentamiento como se muestra a continuación. Nótese que las muestras (4 muestras) del cuerpo conformado cerámico experimentaron fisuración tras la etapa de desengrasado, y no se llevó a cabo ninguna etapa de tratamiento térmico con posterioridad.

(Etapa de desengrasado)

En primer lugar, se calentó un cuerpo conformado cerámico hasta 110 °C en atmósfera de nitrógeno con una concentración de oxígeno de un 1 % y se mantuvo durante 4 horas, posteriormente se calentó hasta 170 °C, a una tasa de calentamiento de 10 °C/hora y se mantuvo durante 4 horas. Posteriormente, se calentó el cuerpo de material cerámico hasta 550 °C a una tasa de calentamiento de 7 a 20 °C/h y se mantuvo durante 12 horas. Posteriormente, se enfrió el cuerpo conformado hasta 20 °C a una tasa de 30 a 100 °C/horas.

(Ejemplo Comparativo 2)

Se produjo un cuerpo cerámico conformado de panal de abeja de la misma forma que en el Ejemplo 1, exceptuando que se modificó la concentración de oxígeno hasta 1 % en volumen durante la etapa de desengrasado, y posteriormente se llevó a cabo la misma etapa de desengrasado que en el Ejemplo 2. Nótese que todas las muestras (5 muestras) del cuerpo conformado cerámico experimentaron fisuración tras la etapa de desengrasado, y no se llevó a cabo ninguna etapa de tratamiento térmico con posterioridad.

(Ejemplo Comparativo 3)

Se produjo un cuerpo cerámico conformado de panal de abeja de la misma forma que en el Ejemplo 1, exceptuando que se modificó la concentración de oxígeno hasta 2 % en volumen durante la etapa de desengrasado, y posteriormente se llevó a cabo la misma etapa de desengrasado que en el Ejemplo 2. Adicionalmente, todas las muestras (5 muestras) del cuerpo conformado cerámico experimentaron fisuración tras la etapa de desengrasado, y no se llevó a cabo ninguna etapa de tratamiento térmico con posterioridad.

La Tabla 2 muestra de forma colectiva los resultados de los Ejemplos 1 y 2 y los Ejemplos Comparativos 1 y 3.

[Tabla 2]

	Condición de etapa de desengrasado			Estados de las fisuras
	La temperatura más elevada	Tiempo de mantenimiento a la temperatura más elevada	Concentración de oxígeno	
Ejemplo 1	900 °C	4 horas	No más de un 0,1 %	Sin fisuras
Ejemplo 2	1000 °C	4 horas	No más de un 0,1 %	Sin fisuras
Ejemplo Comparativo 1	550 °C	12 horas	1 %	Fisurado
Ejemplo Comparativo 2	1000 °C	4 horas	1 %	Fisurado

	Condición de etapa de desengrasado			Estados de las fisuras
	La temperatura más elevada	Tiempo de mantenimiento a la temperatura más elevada	Concentración de oxígeno	
Ejemplo Comparativo 3	1000 °C	4 horas	2 %	Fisurado

En los Ejemplos Comparativos 1 a 3, todas las muestras de cuerpos cerámicos conformados experimentaron fisuración tras la etapa de desengrasado y por otra parte, en los Ejemplos, ninguna de las muestras de los cuerpos conformados cerámicos experimentaron fisuración tras la etapa de desengrasado.

5 Debería entenderse que las realizaciones y los ejemplos divulgados en la presente memoria son ilustrativos y no restrictivos en ningún aspecto. El alcance de la presente invención no se muestra por medio de la descripción descrita anteriormente, sino que se muestra por medio de las reivindicaciones, y se pretende que comprenda modificaciones en el significado del intervalo de los equivalentes a las reivindicaciones.

10 **Susceptibilidad de aplicación industrial**

15 Preferentemente, el cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico obtenido por medio de la presente invención se puede usar en utensilios para un horno de tratamiento térmico tal como un crisol, un montador, caja para tratamientos y un revestimiento refractario; filtros para gases de escape y soportes para catalizador a usar en la depuración de gases de escape para motores de combustión interna tales como motores diésel y motores de gasolina; filtros para filtración a usar en la filtración de bebidas tales como cerveza; filtros cerámicos tales como un filtro con permeo-selectividad para permitir la permeabilidad selectiva de los componentes generados en el momento del refinado de petróleo, por ejemplo, monóxido de carbono, dióxido de carbono, nitrógeno y oxígeno; y partes electrónicas tales como un sustrato y un condensador. En caso de usarse particularmente como filtro cerámico, el cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico de la presente invención tiene un elevado volumen de poros y una porosidad abierta y, por tanto, puede conservar una buena capacidad de filtración durante largo tiempo.

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un cuerpo cerámico basado en titanato de aluminio sometido a tratamiento térmico que comprende una etapa de conformación para obtener un cuerpo conformado cerámico por medio de conformación de una mezcla de materiales de partida que contiene componentes inorgánicos que comprenden un polvo de fuente de aluminio y un polvo de fuente de titanio y componentes orgánicos;
- 5 una etapa de desengrasado para retirar los componentes orgánicos contenidos en el cuerpo conformado cerámico en una atmósfera con una concentración de oxígeno no mayor de un 0,1 % y en una condición de temperatura donde la temperatura más elevada no es inferior a 700 °C y no es mayor de 1100 °C; y
- 10 una etapa de tratamiento térmico para tratar térmicamente el cuerpo conformado cerámico en una condición de temperatura donde la temperatura más elevada no es inferior a 1300 °C; en este orden, donde la atmósfera en la etapa de calentamiento hasta 1300 °C, durante la etapa de tratamiento térmico tiene una concentración de oxígeno no inferior a un 1 % y no superior a un 6 %.
- 15 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el cuerpo conformado cerámico se mantiene a la temperatura más elevada para la etapa de desengrasado durante la etapa de desengrasado y el cuerpo conformado cerámico se mantiene a la temperatura más elevada para la etapa de tratamiento térmico durante la etapa de tratamiento térmico.
- 20 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde el cuerpo cerámico conformado se somete a tratamiento térmico en la atmósfera con una concentración de oxígeno mayor de un 5 % tras la etapa de calentamiento hasta 1300 °C, durante la etapa de tratamiento térmico.
- 25 4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde los componentes inorgánicos además contienen un polvo de fuente de magnesio.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde los componentes inorgánicos además contienen un polvo de fuente de silicio.
- 30 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la cantidad total de los componentes orgánicos contenidos en el cuerpo conformado cerámico no es menor de 10 partes en masa y menor de 50 partes en masa, basado en 100 partes en masa del cuerpo conformado cerámico total.
- 35 7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde los componentes orgánicos contienen un agente de formación de poros.
8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, donde el agente de formación de poros es polietileno, almidón de maíz o almidón de patata.
- 40 9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde el cuerpo conformado cerámico es una estructura de panal de abeja y el área de corte transversal de la cara inferior no es inferior a 78,5 cm<sup>2</sup> y la altura no es inferior a 5 cm en la configuración durante la etapa de desengrasado.
- 45 10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde una parte de los componentes cerámicos se retira y la parte restante se carboniza durante la etapa de desengrasado.
- 50 11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde la proporción molar de polvo de fuente de aluminio expresada como base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con respecto a polvo de fuente de titanio expresado como base de TiO<sub>2</sub> es de 35/65 a 45/55.
- 55 12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 11, donde la proporción molar del polvo de fuente de magnesio expresado en base de MgO con respecto a la cantidad total de polvo de fuente de aluminio sobre la base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el polvo de fuente de titanio expresado en base de TiO<sub>2</sub> es de 0,03 a 0,15.
13. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12, donde el contenido de polvo de fuente de silicio expresado en base de SiO<sub>2</sub> con respecto a 100 partes en masa de la cantidad total de polvo de fuente de aluminio expresado en base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el polvo de fuente de titanio expresado en base de TiO<sub>2</sub> es de 0,1 a 10 partes en masa.